

ABSTRACT ATTACHED

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-283392

(43) 公開日 平成8年(1996)10月29日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 G 63/08	N L X		C 0 8 G 63/08	N L X
63/664			63/664	

審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平7-110154

(22) 出願日 平成7年(1995)4月10日

(71) 出願人 000000952

鐘紡株式会社

東京都墨田区墨田五丁目17番4号

(71) 出願人 000001993

株式会社島津製作所

京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

(72) 発明者 近藤 義和

山口県防府市国衙2丁目5番31号

(72) 発明者 梶山 宏史

山口県防府市鐘紡町4番1号

(72) 発明者 小関 英一

京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会社島津製作所三条工場内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリ乳酸の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 ラクチドとポリアルキレングリコールとの共重合物を得る過程において、重合の均一性やポリ乳酸の分子量の制御を容易に行う製造方法を提供する。

【構成】 本発明は、ラクチドと分子量1000以上のポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、或*

$$0.7 \times L \times P_n / M_v \{1 - A/P_n\} \leq a \leq 1.3 \times L \times P_n / M_v \{1 - A/P_n\} \quad \dots\dots (1)$$

但し、L : 重合に供するラクチドの重量(g)

M_v : 目標とするポリ乳酸の分子量

A : 重合に供するPAG の重量(g)

* いはポリエチレン/プロピレングリコール等のポリアルキレングリコール (以下PAGと略称する) 成分0.1~15重量%との共重合において、分子量1000以下のOH基含有アルコール化合物を下記一般式(1) aにて与えられる量を添加する事を特徴とするポリ乳酸の製造方法である。

P_n : PAG の分子量

P_a : アルコール化合物の分子量

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ラクチドと分子量1000以上のポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、或いはポリエチレン/プロピレングリコールのポリ

$$0.7 \times L \times P_0 / M_v \{1 - A/P_v\} \leq a \leq 1.3 \times L \times P_0 / M_v \{1 - A/P_v\}$$

但し、L：重合に供するラクチドの重量(g)

M_v：目標とするポリ乳酸の分子量

A：重合に供するPAGの重量(g)

P₀：ポリアルキレングリコールの分子量

P_v：アルコール化合物の分子量

【請求項2】 ポリ乳酸の分子量が60000以上で、且つ融点が130℃以上である請求項1記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、ポリ乳酸の製造方法、特に高分子量のポリ乳酸を長期に安定して得る製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする問題】微生物などにより分解される生分解性ポリマーは、環境保全の見地から近年注目されている。例えば、熔融成形可能な生分解性ポリマーとして、ポリヒドロキシブチレート(PHB)やポリカプロラクトン(PCL)が知られているが、PHBは微生物生産性の為に製造コストが高過ぎるだけでなく、超高分子量でしかも分子量の制御が非常に困難な為に、そのままでは成形性が非常に悪く、しかも成形品の透明度が劣る。又、PCLは融点が60℃と低すぎる事が実用上の重大な問題点、障害となっている。

【0003】ポリ乳酸は、比較的成本が安く、融点も170℃以上と充分な耐熱性を有し、熔融成型可能で実用上優れた生分解性ポリマーと期待されている。しかし、従来得られているポリ乳酸は、熔融成型性に劣り、しかも得られる成形品、フィルム、繊維などは、強靱性が低く、脆く弱いという重大な欠点を有する。

【0004】一方、ポリ乳酸の変性の為にポリエチレングリコール等を共重合させる提案も幾つかなされている。例えば、特開平1-163135号公報では、分子量300~10000の乳酸の重合体又は共重合体と、分子量150~10000のポリエチレングリコール(以下PEGと記す)とを反応させて得られた薬物除放性基材が開示されており、反応時のPEGの使用割合はポリ乳酸の重合体に対してPEGの当量比が0.3~5.0(30%~500%)と記されている。しかも上※

$$0.7 \times L \times P_0 / M_v \{1 - A/P_v\} \leq a \leq 1.3 \times L \times P_0 / M_v \{1 - A/P_v\}$$

但し、L：重合に供するラクチドの重量(g)

*アルキレングリコール成分0.1~15重量%との共重合において、分子量10

00以下のOH基含有アルコール化合物を下記一般式(1) aにて与えられる量

を添加する事を特徴とするポリ乳酸の製造方法。

..... (1)

※記の発明によって得られる共重合物は、生体内での埋め込み使用を主目的としており、その軟化点(熱板上でガラス棒で曳糸し始める温度)は、実施例によれば-10~60℃程度と極めて低く、本発明の目的とは全くかけ離れたものである。又、分子量の記載はないが上記軟化点の記載、反応原料の配合比及び得られたものはペースト状(実施例3)又はワックス状であると記されていることから、分子量は高々10000~20000程度と推定され、本発明の目的とする汎用性及び強靱性に優れる成型品は到底得られない。

【0005】また、特開昭63-69825号公報には、ポリ乳酸セグメント70~97重量%とポリオキシエチレンジカルボン酸セグメント3~30重量%とからなるブロック共重合体が開示されているが、ポリマーは同公報実施例では高々分子量31000、フィルムの引張強度もわずか2.8kg/mm²(本発明品の1/10程度)のものしか得られおらず、到底本発明の目的とする汎用性及び強靱性に優れる成型品は得られない。

【0006】しかし、一方ラクチドの開環重合によるポリ乳酸の重合においては、OH基がイニシエーターとなり、その数の比率によりポリ乳酸の重合度が変化する。従って、原料中の水分率の影響を非常に受けやすく、安定した性状を有するポリ乳酸を得る事は困難であった。

【0007】本発明者らは、こういう欠点を補い成形材料として良好な物性と生分解性を有する高分子量で且つ靱性の高いポリ乳酸を安定して生産する方法につき鋭意検討の結果本発明を完成するに至った。即ち、本発明の目的とする所は、高分子量のポリ乳酸を長時間安定して製造する方法を提案するにある。

【0008】

【問題点を解決するための手段及び作用】本発明方法はラクチドに分子量1000以上のポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、或いはポリエチレン/プロピレングリコールのポリアルキレングリコール(以下PAGと記す)成分との0.1~15重量%との共重合において、分子量1000以下のOH基含有アルコール化合物(以下アルコール化合物と略称する)を下記一般式(1) aにて与えられる量を添加する事を特徴とする。

..... (1)

50 M_v：目標とするポリ乳酸の分子量

A : 重合に供するPAGの重量(g)

P_n : PAGの分子量

P_0 : アルコール化合物の分子量

【0009】本発明に使用するラクチドは、乳酸の環状2量体で、乳酸の性状によってL-体、D-体或いはD, L-体(ラセミ体)の形態で存在する。しかし、目標とした、耐熱性や強度及び靱性に優れるポリ乳酸を得る為には、 $L(D)/(L+D) \times 100$ で表される光学純度は、好ましくは80%以上、更に好ましくは85%以上、特に好ましくは90%以上、最も好ましくは95%以上である。光学純度が85%未満であると、結晶化度の低下が大きくなり耐熱性や強度及び靱性に乏しいものになる。ラクチドの共重合率は少なくとも85重量%、好ましくは99.9~90重量%である。L-乳酸或いはD-乳酸が85重量%未満では、ポリ乳酸の分子量が十分に高くなり、得られる繊維や樹脂の強度や耐熱性も十分でない。一方、PAGが0.1重量%以下では、重合時のポリマーの重合性やポリマーからガット引き、チップ化の過程での操作性がやや不十分である。

【0010】アルコール化合物の量は前述の式で表される量aを重合の初期から、或いは重合がある程度進んでから重合系に添加する。aの値が $0.7 \times L \times P_n / M_v \{1 - A/P_n\}$ 未満では、ポリ乳酸の重合度の経時安定性が不十分である。又、 $1.3 \times L \times P_n / M_v \{1 - A/P_n\}$ を超えると、ポリ乳酸の分子量安定性は十分であるが、分子量を必ずしも高くする事は出来ない。従ってaの値としては、上記式の値であるが、好ましくは $0.8 \times L \times P_n / M_v \{1 - A/P_n\} \sim 1.2 \times L \times P_n / M_v \{1 - A/P_n\}$ である。

【0011】本発明で得られるポリ乳酸共重合物は、従来の共重合物に比較して格段に分子量が高く、成型品(フィルム、繊維を含む)の強靱性が優れている。ポリ乳酸共重合物の平均分子量は、通常6万以上、好ましくは8万~30万、更に好ましくは10万~25万である。平均分子量が過度に大きいと熔融時の流動性や成型品の変形性が劣る。

【0012】従来、高重合度のポリ乳酸/PAG共重合体が得られていない原因の一つは原料の持ち込む水分率の管理が不十分である事である。従って、ラクチドの開環重合に際しては、原料の水分率を十分に低くして、本発明のアルコール加工物を添加する事によって、安定した高分子量のポリ乳酸を得る事が出来る。又、一定量のアルコール化合物がポリマー中に添加される為、ポリマーの流動性が改善され、重合性や成形性が飛躍的に改善される。

【0013】勿論、重合に使用するPAGやアルコール化合物に含まれる水分率の管理も十分に行う必要があり、好ましくは高々0.1%、更に好ましくは0.05%、最も好ましくは0.01%以下とする。

【0014】更に、ポリ乳酸の重合に供する原料全体で

も、水分率を原料重量の高々0.3%、好ましくは高々0.2%、更に好ましくは高々0.1%、特に好ましくは高々0.05%にする。水分率が、0.3%を超えると、本発明で目標としている様な高性能のポリ乳酸を得るには分子量が不足であり、強力や耐熱性も不十分である。

【0015】ポリ乳酸の分子量とポリ乳酸の物性改善の為には、PAG成分の分子量は少なくとも1000、好ましくは少なくとも2000、更に好ましくは少なくとも3000、特に好ましくは少なくとも4000以上である。特に高重合度で且つ高融点の共重合体を得るには、PAG成分の分子量は高い方が好ましく5000~30000の物でも使用できる。

【0016】分子量が1000未満では、ポリ乳酸の改質よりもむしろポリ乳酸の結晶性や耐熱性の低下が大きくなり、好ましくない。

【0017】PAG成分の共重合比率(共重合ポリマー中の重量比率)は高々15%、好ましくは0.3~15%、更に好ましくは0.5~10%である。

【0018】PAG成分の化学的な安定性や熱的な安定性の改善の為に、重合系に10ppm~0.5%程度特に50ppm~0.3%酸化防止剤を添加する事も好ましい。酸化防止剤をあまり多量に使用すると重合を阻害する事があり、重合時は使用量を必要最小限とすることが望ましい。しかし、得られた製品の安定性を高めるために、ポリ乳酸/PAG成分共重合物の重合が進行した時点で、酸化防止剤を、例えば0.1~3%程度追加混合することが出来る。

【0019】酸化防止剤としては、ヒンダードフェノール、ヒンダードアミン、その他公知のものが使用できる。酸化防止剤の例として、ヒンダードフェノール系ではチバガイキ社の「イルガノックス」シリーズ、ヒンダードアミン系では同社「チヌビン」シリーズ、紫外線吸収剤としてはベンゾトリアゾール系の同社「チヌビン」シリーズ、またそれらとフォスファイト系安定剤の混合物の「イルガフォス」シリーズなどがある。同様に、住友化学(株)のフェノール系酸化防止剤として「スミライザー」シリーズ、光安定剤として「スミソープ」などがあげられる。上記以外の酸化防止剤としては、チオエーテル系などがあげられ、又上記の安定剤の2種以上の併用も好ましいことが多い。更に、耐熱性の観点から分子量が大きく、沸点や昇華温度の高いものが好ましい。例えば分子量は500以上が好ましく、700以上が最も好ましい。前述のイルガノックス1010(分子量1178)は、最も好ましい例である。また、酸化防止剤や紫外線吸収剤としては、毒性や皮膚刺激性のない安全なものが好ましい。

【0020】更に、第3成分として上記一般式に示す範囲のアルコール成分をポリ乳酸の重合初期から重合終了までに重合系に添加する。添加する事によって、ポリ乳

酸の分子量(粘度)を安定化する事が出来る。アルコール成分がこの範囲外では得られるポリ乳酸の分子量(粘度)が高くなりすぎたり、或いは低くなりすぎたりして、成形性を低下させたり或いは強度、耐熱性等の物性を低下させる。又、ポリ乳酸の分子量(粘度)の安定性が得られない。アルコール化合物としては、少なくとも末端の一つにOH基を有する物であれば、特に限定されないが、好ましくは分子量1000以下、更に好ましくは分子量300~800のものである。

【0021】本発明により製造されたポリ乳酸は、高分子量であり、分子量の経時変化が少ない為、ポリマーの熱流動性が著しく改善され、重合操作特に混合、脱気送液などが容易となり、均一で品質に優れたポリマーが得られる。同様に本発明によって得られるポリマーは、PAG成分共重合の為か、非常に白度、紡糸性及び延伸性に優れていることも見出された。

【0022】更に、本ポリ乳酸の重合に際して、他の共重合モノマー、例えば、ポリエチレンアジベート、ポリブチレンセバケート、ポリカプロラクトン、等の脂肪族ポリエステルやポリアミド、末端OH基を有する各種変

成ポリエステル等の少量の共重合も可能である。
【0023】本発明の共重合体には、例えば生分解性の強化又は低減、染色性の改良などのために第3の成分を共重合することが出来る。例えば、スルホン基を有する化合物、例えばスルホイソフタル酸(又はその金属塩)を共重合することにより、塩基性染料で染色可能とすることが出来、アミノ基又はアミド基を有する化合物、例えばアミノ酸を共重合することにより、酸性染料で染色可能とすることが出来る。これらの第3成分の共重合は、共重合物の融点低下をもたらす傾向があるから、融点を110℃以上に保つように注意しつつ行うことが必要である。

【0024】更に、必要に応じて酸化防止剤、紫外線吸収剤、滑剤、顔料、着色剤、帯電防止剤、離型剤その他周知の添加剤や充填剤を配合、混合することが出来る。

【0025】重合反応に用いる触媒は、乳酸及びラクタイドの重合用に通常使用されるものを用いることが出来る。例えば、Na、Mgの各種アルコールとのアルコール化合物、Zn、Cd、Mn、Co、Ca、Sb、Sn、Baなどの脂肪酸塩や炭酸塩、硫酸塩、リン酸塩、Mg、Pb、Zn、Sb、Sn、Ge等の酸化物、水酸化物、ハロゲン化合物、或いはそれらの金属そのものを使用できるが、触媒機能はもちろん生成物に着色や副反応或いは凝集異物を形成しない等を考慮して選定する。触媒の量としては、エステルの量に対して通常 $10^{-2} \sim 10^{-4}$ モル/モルであるが、温度や反応系より適宜選定する。もちろん上記以外のものでも、反応速度が大きく、着色や副反応の少ない優れたものであれば利用可能である。

【0026】一般にラクタイドを熔融重合する場合、モ

ノマー/ポリマーの反応平衡によりモノマー(ラクタイド)の1部や低分子物(オリゴマー)が重合系中に残存する事がある。この残存モノマーや低分子量オリゴマーが最終製品(成形品、フィルム、繊維など)に存在すると、1種の可塑剤或いは加水分解のトリガーとして作用し、製品の着色等の品質を損なったり、製造工程や使用中に浸出してトラブルの原因や経時的な強度劣化の原因となる。このため本発明のポリマーを使用するに際して、残存低分子物(分子量500以下)を好ましくは10%以下、更に好ましくは5%以下、特に好ましくは3%以下、最も好ましくは1%以下とする。残存モノマーや低分子物を減少するためには、重合の中〜後期或いは重合終了時に真空中にて昇華物を除去したり、或いはラクチド等の残存低分子量物のトラッピング剤(例えば、エチレングリコール、グリセロール、プロピレングリコールやPEG、ポリプロピレングリコールなどのアルコール類等)や重合触媒を追加、混合することにより、モノマーと反応させ残存モノマーを減少させる事も効果的である。

【0027】更に、重合後のチップをモノマーが溶解し、ポリマーが好ましくは溶解しない或いは更に好ましくは膨潤はするが溶解しない溶剤(例えば、アセトン、アセトニトリル、メチルエチルケトン、メタノール、エタノール、プロパノール等)にて洗浄処理し、ポリマーの耐熱性、熱分解性を促進するモノマー、ラクチド、低分子物、或いは残存触媒を除去する事も有力な手段である。

【0028】ポリ乳酸の重合には、各種の重合装置が使用できる。しかし、少なくとも生成ポリマーの融点以上の重合になる為に、重合時間が長くなれば、前述した様に、解重合の進行により、却って重合度の低下や、着色等の原因になる。従って、好ましい重合装置としては、均一攪拌する様な縦型の攪拌槽より、むしろ、プラグフロー性の高い2軸混練押出機又はポリエステル等の重合等に使用される横型反応機或いはそれに類似する攪拌及び送り機能を有する装置を用いる方が安定した品質のポリ乳酸を得る事が出来る。

【0029】例えば、2軸混練押出機(以下2軸混練機と記す)としては、並行して設け、同方向又は逆方向に回転する軸に、互いに噛み合うスクリュウ(送り部)、同じく噛み合う2翼又は3翼状の攪拌素子を複数(多数)取付けたもので、更にシリンダー(筒状部)には必要に応じて原料や添加剤の供給や脱気、減圧下での反応のための排気などを行うベント孔などを1個又は複数個設けた装置である。2軸混練機により、重合原料又は重合中及び重合後のポリマーは、極めて効果的に攪拌、混合、移動され、反応速度が相当早められる。

【0030】特に、2軸混練機や横型反応機等では任意の箇所にアルコール化合物や耐熱剤を添加する為により好ましい。

【0031】上記の混練機型重合機以外にも2つの回転軸上に、円板状又はそれに類似の攪拌素子を、互いに重なり合うように多数配した、断面が円形、長円形、それらに類似した形の横型又は縦型のタンク状の反応容器も、デッドスペースがすくなく、セルフクリーニング作用があり、減圧可能であるため本発明の連続重合に用いることが出来る。

【0032】本発明の重合においては、上述した1軸押出機、2軸混練機及び2軸攪拌反応機等の重合装置を複数個、多段的に組み合わせて用いることも、或いは縦型攪拌槽により第一段の重合を行い、続いて上述の横型の反応槽に投入する事も出来る。

【0033】重合終了後のポリマーは、そのまま直ちに紡糸又はフィルム化することも出来るが、一旦ペレット化した後、成型品、フィルム、及び繊維を製造することも出来る。或いは、一旦溶剤に溶解し、湿式紡糸や乾式紡糸により繊維を製造したり、フィルムや紙、不織布等にコーティングや含浸させたり、或いはエマルジョン化し微粒子を形成させたりする事が出来る。特に、熔融紡糸では、本発明のポリ乳酸の成形性が良好の為に、紡糸速度3000m/分以上の高速紡糸による部分配向糸(POY)や、紡糸速度4000m/分以上での高配向糸(HOY)及び紡糸と延伸を連続して行うスピンドロー方式(SPD)、紡糸と不織布化を同時又は連続して行うスパンボンド不織布及びフラッシュ紡糸不織布、メルトブローン不織布等への工程への適応性にも優れている。

【0034】

【発明の効果】本発明により得られるポリ乳酸は、分子量が非常に安定しており、その為に長期間の重合機の運転や品質の安定性に優れる。又、繊維やフィルム、シート、その他の成形品の製造時においては、成形条件の安定化、得られた製品の歩留りの向上や品質の安定化が図られ、非常に工業的な意義となる。更に、ポリ乳酸単独のホモポリマーに比べて、アルコール化合物の共重合成分を含む為に、著しく熔融流動性が改善される。本発明の共重合体は、通常110℃以上の融点を有する為に、従来の生分解樹脂に比較して、極めて多くの用途に展開できたり、加工段階の問題が少ない等の特徴がある。例えば、食品容器などの成型品は、100℃の沸騰水による殺菌処理が出来ることが必要であり、そのためには110℃以上の融点、好ましくは130℃以上の融点が必要であるが、本発明のポリ乳酸では十分に満足する性能を持つ。同様に繊維に適用した場合でも、100℃での染色や殺菌に十分耐える事が出来る。

【0035】本発明において、ポリ乳酸及びそれを主成分とする共重合物の平均分子量は、試料のクロロホルム0.1%溶液のGPC(ポリスチレン標準試料により校正)分析による。又、重合物の融点は、示差熱量分析(DSC)法で測定(昇温速度10℃/min)し求め

る。

【0036】本発明において、部及び%は特に断らない限り重量部、重量%である。重合物の溶液粘度(相対粘度)は、試料1gを、フェノール/テトラクロロエタン=6/4(重量比)の混合溶剤100mlに溶解し、ウベローデ型粘度計にて20℃で測定したものである。残存モノマーはGPCにより得られた分子量曲線の分子量1000未満のピークより、又残存触媒はICP法を用い金属分を定量して求めた。

10 【0037】

【実施例】

実施例1

十分に乾燥(水分率100ppm以下)し、あらかじめ溶解した光学純度99.8%のL-ラクタイドと、真空乾燥した数平均分子量8200のPEG#6000(第一工業製薬)とを98/2の比率で2軸混練機(スクリー直径:30mm)の原料供給部へ供給する。尚、数平均分子量400のPEG#400(第一工業製薬)をL-ラクタイドと前述のPEGの総量に対して、0.25%を連続的に注加した。同時に、重合触媒として、ラクタイドに対し0.3%のジオクチル酸錫を添加する。重合温度は190℃とし、第1ベント孔より窒素ガスを供給し、第2ベント孔より排気する。2本の回転軸は同方向回転で、回転速度は、60回/minである。滞留時間は18分である。

【0038】2軸混練機から出たポリマーは、ギアポンプで加圧送液し20μmのフィルターで濾過し口径2mmのノズルより押出し、水で冷却、固化した後切断してチップP1を得た。チップP1は数平均分子量160000を有し、着色もなく透明性に優れていた。

30 【0039】生成チップの経時的な物性を表1に示すが、殆ど分子量の変動もなく安定した重合が進んでいる事を示している。

【0040】一方、PEG400を添加せずに重合したポリ乳酸を比較例として示しているが、分子量と粘度の変動が見られる。尚、分子量はクロロホルムに溶解して、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー(株)島津製作所GPC)にて測定し、メインピークにて評価した。熔融粘度は200℃での熔融状態の粘度をキャピログラフ(東洋精機(株)製)にて測定した。得られたポリ乳酸の色は常法にてチップ(長さ、直径共3mm)を作成し、測色機(マクベスカラーアイ)にて測定し、CIE-Lab標色系のb値にて評価した。

【0041】実施例2

実施例1の本発明のチップを240℃の35mmの単軸スクリー押出機で溶解し、孔径0.25mm、温度235℃のオリフィスより紡糸し、空気中で冷却し、オイルングして1800m/minの速度で巻取り未延伸糸UY1を得た。UY1を延伸温度70℃、延伸倍率2.5倍で延伸し、緊張下150℃の熱板上を走行させて熱処

理し、速度800m/minで巻取って75デニール／18フィラメントの延伸糸を得た。糸の強度は5.2g/dで伸度は28.5%、ヤング率は752Kg/mm²の良好な繊維が得られた。この間は殆ど紡糸、延伸条件を変える必要はなかった。同様に実施例1の比較例のチップを使用すると、ポリマーの分子量、熔融粘度が刻々

変化していくので、紡糸温度や延伸温度等を変える必要があった。又得られた繊維の物性も経時的に変化していた。

【0042】

【表1】

重合経過 時間 (時間)	本発明品			比較例品		
	分子量	熔融粘度	色	分子量	熔融粘度	色
2	165000	3900	7.85	174000	4200	8.15
4	164000	3800	7.81	186000	5150	9.34
6	165000	3950	7.86	193000	5500	9.81
8	163000	3750	7.82	163000	3950	8.27
10	164000	3850	7.79	167000	4000	7.89
12	164000	3900	7.81	161000	3750	7.81
14	166000	3950	7.85	187000	5250	8.25

フロントページの続き

(72)発明者 藤井 康宏

京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会
社島津製作所三条工場内

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **08283392 A**

(43) Date of publication of application: **29.10.96**

(51) Int. Cl.

C08G 63/08
C08G 63/664

(21) Application number: **07110154**

(22) Date of filing: **10.04.95**

(71) Applicant: **KANEBO LTD SHIMADZU CORP**

(72) Inventor: **KONDO YOSHIKAZU**
KAJIYAMA HIROSHI
KOSEKI HIDEKAZU
FUJII YASUHIRO

(54) PRODUCTION OF POLYLACTIC ACID

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain a polylactic acid while easily controlling the mol.wt. and uniformity of polymn. thereof in obtaining a copolymer of a lactide and a polyalkylene glycol.

CONSTITUTION: In copolymn. of a lactide with 0.1-15wt.% polyalkylene glycol component having a mol.wt. of at most 1,000 (hereinafter referred to briefly as 'PAG') such as polyethylene glycol, polypropylene glycol or polyethylene- propylene glycol; an OH group-contg. alcohol compd. having a mol.wt. of at most 1,000 is added in an amt. of the following general formula (1):

$$(1): \quad 0.7 \times L \times P_n /$$

$M_w \{1-A/PN\} \leq a \leq 1.3 \times L \times P_n / M_w \{1-A/PN\} \dots (1)$ wherein L is the wt. (g) of the lactide for polymn.; M_w is the mol.wt. of the desired polylactic acid; A is the wt. (g) of PAG for polymn.; PN is the mol.wt. of PAG; and P_n is the mol.wt. of the alcohol compd.

$$0.7 \times L \times P_n / M_w \{1-A/PN\} \leq a \leq 1.3 \times L \times P_n / M_w \{1-A/PN\}$$

COPYRIGHT: (C)1996,JPO

1

THIS PAGE BLANK (USPTO)